

(19) Czechoslovak Socialist Republic
Department of Patents and Inventions

Invention Specification Pertaining to a
Certificate of Authorship 224 741

(61)

(11) (B1)

- (51) Int. Cl.³: C 01 G 55/00
 - (23) Priority filing date:
 - (22) Filing Date: May 28, 1982
 - (21) Application No.: PV 3945-82
 - (40) Disclosure Date: February 25, 1983
 - (45) Publication Date: August 1, 1985
 - (75) Inventor: Jiri Bartl, Strklice, engineer
- (54) **Method for Recovery of Palladium and Tin Chloride from Waste Solutions of Colloidal Palladium in Tin(II) Chloride**

The invention concerns a method for recovering palladium from a solution of tin(II) chloride from spent activation baths for currentless metallization of nonmetallic surfaces, the essence of which is a colloidal solution of palladium and tin(II) chloride. These activation baths can contain different additional inorganic and organic substances. Only a single method has been published on the recovery of palladium from the solution.

According to the method of the invention of Hungarian Patent No. 11100, palladium is recovered from solutions by addition of concentrated nitric acid. A shortcoming of this method is contamination of the tin(II) chloride solution with nitrate ions and the method is only suitable for palladium contents in the solution above 0.4 g palladium/dm³. However, this procedure does not recover tin(II) chloride in addition to palladium, which in this case is contaminated with nitrate ions, for which reason it is a waste or product with reduced utilization.

The mentioned shortcomings are essentially reduced by the method for recovering palladium and tin(II) chloride from spent solutions of colloidal palladium in tin(II) chloride according to the invention, which consists of the fact that a metal is added to the colloidal solution of palladium in tin(II) chloride. Advantageously, hydrochloric acid is additionally added to the solution, and possibly tin.

The method for recovering palladium and tin(II) chloride from colloidal solutions of palladium in tin(II) chloride is suitable in that it is based on coagulation of the colloidal solution of metal, which liberates hydrogen from hydrochloric acid. During coagulation of a colloidal solution of palladium in tin(II) chloride, additional ions are introduced to the solution by tin. Coagulation is accelerated by raising the temperature, increasing the concentration of hydrogen ions and increasing the specific surface of the metal.

Palladium is obtained with this method in a yield of 99.9% in the form of crude metal with a solution of tin(II) chloride which is suitable for industrial use. The palladium coagulated by this procedure does contain significant amounts of impurity but pure palladium can be produced from its compounds using the usual refining methods.

The effect of the method according to the invention consists of the fact that it permits recovery of palladium from colloidal solutions of palladium in tin(II) chloride almost quantitatively over a wide range of concentrations of both metals.

Example 1

15.0 g metallic tin in the form of shavings was added to 0.5 dm³ of a solution containing 0.24 g palladium/dm³ and 43.77 g tin/dm³ and 38.3 g hydrochloric acid/dm³. The reaction mixture was heated to a temperature of 90°C and mixed for 2 hours. The coagulated palladium was then allowed to settle, the clear solution of tin(II) chloride was poured off and the palladium decanted three times with 0.1 dm³ distilled water each time. After decanting, it was dried for 2 hours at 140°C. 0.475 dm³ of a solution of tin(II) chloride containing 77.63 g tin/dm³ was obtained and 0.2153 g palladium with a content of 55.73% palladium.

Example 2

50.0 g powdered tin and 0.15 dm³ of 35% hydrochloric acid were added to 0.3 dm³ of a solution containing 3.0 g palladium/dm³, 187.5 g tin/dm³ and 72.3 g hydrochloric acid/dm³. The reaction mixture was treated as in Example 1 and 0.9889 g of palladium was obtained containing 91.0% palladium and 0.432 dm³ of a solution containing 245.1 g tin/dm³.

In both cases, the tin(II) chloride solutions did not contain any traces of palladium.

Patent Claims

1. Method for recovering palladium and tin(II) chloride from spent solutions of colloidal palladium in tin(II) chloride, characterized by the fact that a metal is added to the colloidal solution of palladium in tin(II) chloride.
2. Method according to Claim 1, characterized by the fact that hydrochloric acid is added to the colloidal solution of palladium in tin(II) chloride.
3. Method according to Claims 1 and 2, characterized by the fact that tin is added to the colloidal solution of palladium in tin(II) chloride.



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 741

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 05 82
(21) PV 3945-82

(51) Int. Cl. G 01 G 55/00

(40) Zveřejněno 25 02 83
(45) Vydáno 01 08 85

THE BRITISH LIBRARY

15 MAY 1985

SCIENCE REFERENCE
LIBRARY

(75)

Autor vynálezu BARTL JIŘÍ ing., STŘELICE

(54) Způsob získávání palladia a chloridu cínatého z odpadních roztoků koloidního palladia v chloridu cínatém

1

Vynález se týká způsobu získávání palladia a roztoku chloridu cínatého z odpadních aktivizačních lázní pro bezproudé pokovování nekovových povrchů, jejichž podstatou je klodní roztok palladia v chloridu cínatém. Tyto aktivizační lázně mohou dále obsahovat různé další anorganické i organické látky.

Pro získávání palladia z těchto roztoků byl publikován jen jediný postup. Podle popisu vynálezu k maďarskému patentu č. 11100 je palladium z roztoků získáváno přídavkem koncentrované kyseliny dusičné. Nevýhodou postupu je znečištění roztoku chloridu cínatého ionty dusičnanovými a postup se hodí pouze pro obsahy palladia v roztocích nad 0,4 g palladia/dm³. Tento postup však neřeší získávání chloridu cínatého vedle palladia, který je v tomto případě znečištěn dusičnanovými ionty, tudíž je odpadem nebo produktem s omezeným využitím.

Uvedené nevýhody podstatně snižuje způsob získávání palladia a chloridu cínatého z odpadních roztoků koloidního palladia v chloridu cínatém podle vynálezu, který počívá v tom, že se do koloidního roztoku palladia v chloridu cínatém přidává kov. S výhodou se dále do roztoku přidává kyselina chlorovodíková, případně cín.

Způsob získávání palladia a chloridu cínatého z koloidních roztoků palladia v chloridu cínatém je výhodný tím, že je založen na koagulaci koloidního roztoku kovu, uvolňující kyseliny chlorovodíkové vodík. Při koagulaci koloidního roztoku palladia v chloridu cín-

tém cínem se do roztoku nezanášejí další ionty. Koagulace je urychlována zvýšením teploty, zvýšením koncentrace vodíkových iontů a zvýšením měrného povrchu kovu.

Tímto postupem se získá palladium ve výtěžku 99,9 % ve formě surového kovu a současně roztok chloridu cínatého, který se hodí k průmyslovému použití. Koagulované palladium tímto postupem obsahuje sice značné množství nečistot, ale obvyklými rafinačními postupy lze dospět k čistému palladiu a jeho sloučeninám.

Účinek způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že umožňuje získávání palladia z koloidních roztoků palladia v chloridu cínatém v širokém koncentračním rozmezí obou uvažovaných kovů téměř kvantitativně.

Příklad 1

K $0,5 \text{ dm}^3$ roztoku obsahujícího $0,24 \text{ g}$ palladia/ dm^3 a $43,77 \text{ g}$ cínu/ dm^3 a $38,3 \text{ g}$ kyseliny chlorovodíkové/ dm^3 bylo přidáno $15,0 \text{ g}$ kovového cínu ve formě hoblin. Reakční směs byla zehřívána na teplotu 90°C a míchána 2 h. Pak se nechalo koagulované palladium usadit, čirý roztok chloridu cínatého byl odlit a palladium bylo dekantováno třikrát po $0,1 \text{ dm}^3$ destilované vody. Po dekantaci bylo sušeno 2 h při 140°C . Získalo se tak $0,475 \text{ dm}^3$ roztoku chloridu cínatého s obsahem $77,63 \text{ g}$ cínu/ dm^3 a $0,2153 \text{ g}$ palladia s obsahem $55,73 \%$ palladia.

Příklad 2

K $0,3 \text{ dm}^3$ roztoku obsahujícímu $3,0 \text{ g}$ palladia/ dm^3 , $187,5 \text{ g}$ cínu/ dm^3 a $72,3 \text{ g}$ kyseliny chlorovodíkové/ dm^3 bylo přidáno $50,0 \text{ g}$ práškového cínu a $0,15 \text{ dm}^3$ 35 % kyseliny chlorovodíkové. Reakční směs byla zpracována jako v příkladu 1 a bylo získáno $0,9889 \text{ g}$ palladia s obsahem $91,0 \%$ palladia a $0,432 \text{ dm}^3$ roztoku obsahujícího $245,1 \text{ g}$ cínu/ dm^3 .

V obou případech roztoky chloridu cínatého neobshořovaly ani stopy palladia.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob získávání palladia a chloridu cínatého z odpadních roztoků koloidního palladia v chloridu cínatém, vyznačující se tím, že se do koloidního roztoku palladia v chloridu cínatém přidá kov.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se do koloidního roztoku palladia v chloridu cínatém přidá kyselina chlorovodíková.
3. Způsob podle bodu 1 a 2, vyznačující se tím, že se do koloidního roztoku palladia v chloridu cínatém přidá cín.